

6/4/1 (Item 1 from file: 351) Links

Derwent WPI

(c) 2007 The Thomson Corporation. All rights reserved.

FN- DIALOG(R) File 351:Derwent WPI|

CZ- (c) 2007 The Thomson Corporation. All rights reserved.|

AA- 1998-200909/199818|

XR- <XRAM> C1998-063517|

TI- Continuous emulsifying apparatus for producing poly-organo-polysiloxane emulsion - comprises emulsifier body; source supplying piping through which source material containing poly-organo-polysiloxane, emulsifier and water is supplied to the emulsifier body; and high-speed rotor|

PA- DOW CORNING TORAY SILICONE (DOWO)|

IV- HAMADA M; OZAKI K; YAMADERA T|

NC- 1|

NP- 1|

PN- JP 10052633 A 19980224 JP 1996227789 A 19960809 199818 B|

AN- <LOCAL> JP 1996227789 A 19960809|

AN- <PR> JP 1996227789 A 19960809|

FD- JP 10052633 A JA 5 1|

LA- JP 10052633 A JA 5 1|

AB- <BASIC> JP A

Continuous emulsifying apparatus for producing polyorganosiloxane emulsion comprises an emulsifier body (11), a source supplying piping (2) through which source material containing (A) polyorganosiloxane, (B) emulsifier, and (C) water is supplied to the emulsifier body, and a high-speed rotor (12). There is a clearance of 5-0.1 mm between the source supplying piping and source inlet (10) of the emulsifier body or in the middle of the source supplying piping. The inside diameter ratio of the clearance to the source supplying piping is 1/250 to 1/2.

The production of polysiloxane emulsion using the new apparatus is also claimed, the source material is continuously supplied through the source supplying piping; the air is taken in from an air inlet (9) continuously; and the rotor is rotated continuously.

USE - For preparing polysiloxane emulsion (silicone emulsion) continuously. The emulsion is used for fibre yarn treatment, cosmetics, paper treatment, defoaming chemical, or separating chemical.

ADVANTAGE - Poly-organosiloxane emulsion having a uniform particle size distribution is obtained.|

TT- CONTINUOUS; EMULSION; APPARATUS; PRODUCE; POLY; ORGANO; POLYSILOXANE; COMPRISE; BODY; SOURCE; SUPPLY; PIPE; THROUGH; MATERIAL; CONTAIN; WATER ; HIGH; SPEED; ROTOR|

DC- A26; A87; A96; D21; F06; F09|

IC- <ADVANCED> B01F-0017/54 A I L R 20060101 ; B01F-0003/08 A I L R 20060101 ; C08J-0003/03 A I F R 20060101 ; C08J-0003/075 A I R 20060101 ; C08L-0083/04 A I L R 20060101 |

IC- <CORE> B01F-0017/54 C I L R 20060101 ; B01F-0003/08 C I L R 20060101 ; C08J-0003/02 C I F R 20060101 ; C08L-0083/00 C I L R 20060101 |

MC- <CPI> A06-A00C; A07-B04; A08-S05; A11-A03; D08-B01; F01-H06; F05-A06B|

FS- CPI||

特開平10-52633

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月24日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 F 17/54			B 0 1 F 17/54	
3/08			3/08	A
C 0 8 J 3/03	CFH		C 0 8 L 83/04	
3/075	CFH		C 0 8 J 3/03	CFH
// C 0 8 L 83/04				

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平8-227789

(22) 出願日 平成8年(1996) 8月9日

(71) 出願人 000110077

東レ・ダウコーニング・シリコン株式会  
社

東京都千代田区丸の内一丁目1番3号

(72) 発明者 山寺 豊彦

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
コーニング・シリコン株式会社エンジ  
アリング部内

(72) 発明者 尾崎 弘一

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
コーニング・シリコン株式会社エンジ  
アリング部内

(74) 代理人 弁理士 久保田 芳馨

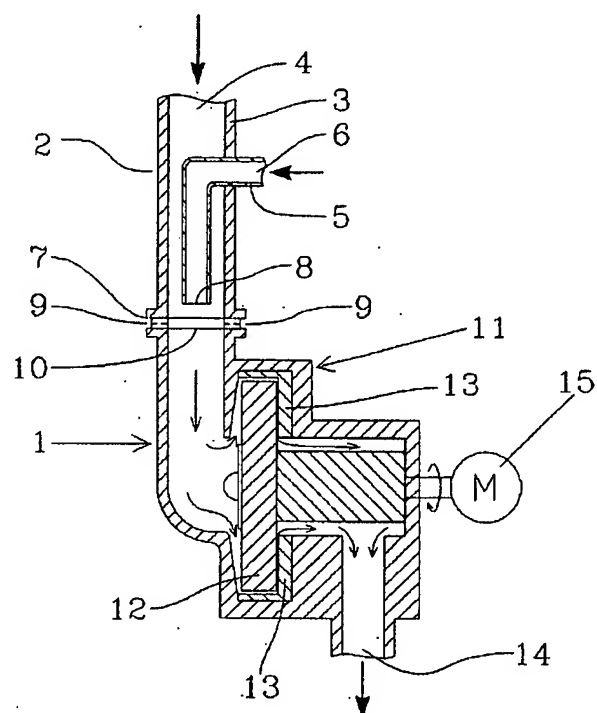
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリオルガノシロキサン用連続式乳化装置およびポリオルガノシロキサンエマルジョンの連続的

(57) 【要約】 製造方法

【課題】 均質で粒度分布が狭いポリオルガノシロキサンエマルジョンを連続的に製造するための装置およびそのようなポリオルガノシロキサンエマルジョンの連続的製造方法を提供する。

【解決手段】 乳化機に(A)ポリオルガノシロキサン、(B)乳化剤および(C)水を基本的構成成分とする原料を連続的に供給する原料供給管2と高速回転ローター12を具備する乳化機11から構成される連続式乳化装置1において、原料供給管と乳化装置の原料受入口10の間または原料供給管の途中にクリアランス5mm〜0.1mmであり、クリアランス/原料供給管の内径比が1/250〜1/2である空気吸入口9を設けたことを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 乳化機に(A)ポリオルガノシロキサン、(B)乳化剤および(C)水を基本的構成成分とする原料を連続的に供給する原料供給管と高速回転ローターを具備する乳化機から構成される連続式乳化装置において、原料供給管と乳化装置の原料受入口の間または原料供給管の途中にクリアランス5mm〜0.1mmであり、クリアランス／原料供給管の内径比が1／250〜1／2である空気吸入口を設けたことを特徴とするポリオルガノシロキサン用連続式乳化装置。

【請求項2】 請求項1記載の連続式乳化装置において、原料供給管を通して成分(A)〜成分(C)を基本的構成成分とする原料を乳化機に連続的に供給し、空気吸入口から取り入れた空気を該原料とともに乳化機に連続的に供給し、高速回転ローターを連続的に回転させることにより、ポリオルガノシロキサンのエマルジョンを連続的に製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はポリオルガノシロキサン用連続式乳化装置および該装置を使用してポリオルガノシロキサンのエマルジョンを連続的に製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 シリコーンエマルジョン、すなわち、ポリオルガノシロキサンエマルジョンは繊維処理剤、化粧品、紙処理剤、消泡剤、離型剤等の用途に供されており、各種の攪拌機、混合機あるいは分散機を使用してポリオルガノシロキサンを水に乳化することにより製造されている。それらの製造装置としては、バッチ式では、例えば、ホモミキサー、ケディミル、シャフロー、アジホモミキサー等があり、連続式では、例えば、ホモミックスラインフロー、超音波ミキサー、パイプラインミキサー、コロイドミル、サンドミル、ハインミル等がある。これら装置は目的に応じて使用されているが、設備の合理化または生産性の改善を行うため連続式製造装置を使用するケースがある。連続式乳化装置は乳化機への原料供給管と、それに直結した乳化機から構成されており、この乳化機は一般的には高速回転剪断型攪拌機能を持つローターを具備している。この高速回転ローターの高速回転によってポンプ性能が発現するが、ポンプ性能によっては連続的に供給した原料が乳化機上部で滞留するため、均質で粒度分布の狭いエマルジョンの生産が困難であった。そのため一旦、ポリオルガノシロキサンを連続的に乳化して製造したエマルジョンをタンク槽等を集め、攪拌して均質なエマルジョンとするという非合理的な生産方式をとることがあった。また、特開昭62-243621号公報に記載されているような液状シリコーンゴム組成物をエマルジョン状態で硬化させることによりシリコーンゴム粒状物を製造する方法においても、粒

度分布が狭く、ゲル状物の発生のないシリコーンゴム粒状物を製造することは困難であった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、このような従来技術の欠点を解消すること、すなわち、均質で粒度分布が狭いポリオルガノシロキサンエマルジョンを連続的に製造するための装置およびそのようなポリオルガノシロキサンエマルジョンの連続的製造方法を提供することにある。

【0004】

【課題の解決手段】 上記目的は、乳化機に(A)ポリオルガノシロキサン、(B)乳化剤および(C)水を基本的構成成分とする原料を連続的に供給する原料供給管と高速回転ローターを具備する乳化機から構成される連続式乳化装置において、原料供給管と乳化装置の原料受入口の間または原料供給管の途中にクリアランス5mm〜0.1mmであり、クリアランス／原料供給管の内径比が1／250〜1／2である空気吸入口を設けたことを特徴とするポリオルガノシロキサン用連続式乳化装置、および請求項1記載の連続式乳化装置において、原料供給管を通して成分(A)〜成分(C)を基本的構成成分とする原料を乳化機に連続的に供給し、空気吸入口から取り入れた空気を該原料とともに乳化機に連続的に供給し、高速回転ローターを連続的に回転させることにより、ポリオルガノシロキサンのエマルジョンを連続的に製造する方法によって達成される。

【0005】

【発明の実施の形態】 本発明の連続式乳化装置を図面を用いて説明する。図1は本発明の連続式乳化装置の代表例を示したものである。ポリオルガノシロキサンの連続式乳化装置1は乳化機11に原料を連続的に供給する原料供給管2と高速回転ローター12を具備する乳化機11から構成される。原料供給管2は外管3と内管5から構成された二重管であることが好ましいが、一重管であってもよい。原料のオルガノポリシロキサンは内管の原料供給口6から内管5に供給され、乳化剤と水の混合物は外管の原料供給口4から外管3に供給される。成分(A)、成分(B)、成分(C)の基本構成成分を原料供給管へ供給するには、一般的にはギヤポンプを使用する。その際、(A)ポリオルガノシロキサンと(B)乳化剤の混合物と水とをそれぞれギヤポンプで供給してもよく、(B)乳化剤と(C)水の混合物と(A)ポリオルガノシロキサンとをそれぞれギヤポンプで供給してもよく、あるいは3成分をそれぞれ独立にギヤポンプで供給してもよい。(B)乳化剤と(C)水の混合物と(A)ポリオルガノシロキサンとをそれぞれ供給することが望ましい。その際、(A)ポリオルガノシロキサンを(B)乳化剤と(C)水の混合物が包みこむように供給することが好ましい。

【0006】 外管3の最先端8は乳化装置1の原料受入口10と対向しており、両最先端の間にはクリアランス

5mm～0.1mmであり、クリアランス／原料供給管の内径比が1／250～1／2、好ましくは1／25～1／4の空気吸入口9が存在する。なお、原料供給管が2重管のような多重管であるときは、クリアランス／原料供給管の内径比における原料供給管の内径は外管の内径を意味する。空気吸入口9は管内に空気が外周からに均等に、しかも乳化機11のポンプ能力に応じて吸入される機構がよく、最低3個の突起を持つスペーサーリングがコスト的に最も有利であるが、必ずしもスペーサーリングに限定されるものではない。突起は空気吸入口9のクリアランスを構成するものであり、クリアランスは5mm～0.1mmであり、3mm～0.5mmが好ましい。0.1mmより小さいと圧損が大きく、乳化機11のポンプ能力による空気の吸入が困難となりかねず、5mmより大きいと原料が原料供給管2外へ漏出しかねないからである。なお、原料供給管の内径が大きいほどクリアランス／原料供給管の内径比は小さいことが好ましい。空気吸入口9は原料供給管2の途中にあってもよい。原料供給管の内管5の出口は空気吸入口9の上方に位置してもよく、同位置にあってもよく、下方に位置してもよい。

【0007】乳化装置1の原料受入口10は高速回転ローター12を収納するハウジングに通じており、高速回転ローター12はモーター14に連動しており、モーター14が高速回転すると高速回転ローター12も高速回転する。高速回転モーターの回転数は8,000rpm以上が好ましい。高速回転ローター12の両側面と周面はハウジングの内壁と近接しており、後側面とステーター13の間隙は1μm～10μmが好ましい。間隙が1μm～10μmと小さいので、高速回転ローター12が高速回転すると、ポリオルガノシロキサンは乳化剤により水中に乳化されてエマルジョンとなる。生成したエマルジョンは排出口14から外部へ排出される。

【0008】本発明において基本的構成成分である(A)ポリオルガノシロキサンは、シリコーン工業界でシリコーンエマルジョン用に通常に使用されているものでよく、その分子構造、重合度、物理的性状、有機基、官能基、分子量等は特に制限されず、固形状のポリオルガノシロキサンを溶剤に溶解したものでもよい。しかし、乳化の容易さと用途の多さから、常温で液状や生ゴム状の直鎖状ポリジオルガノシロキサンや環状ポリジオルガノシロキサンや化粧品用の常温で液状の分岐状ポリメチルフェニルシロキサンが好ましい。かかるポリジオルガノシロキサンとしては、例えば、両末端トリメチルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサン、両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ポリジメチルシロキサン、両末端シラノール基封鎖ポリジメチルシロキサン、両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体、両末端シラノール基封鎖ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体、両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・ジ

フェニルシロキサン共重合体、両末端シラノール基封鎖ジメチルシロキサン・ジフェニルシロキサン共重合体、両末端シラノール基封鎖ポリメチルビニルシロキサン、両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチル(3,3,3-トリフルオロプロピル)シロキサン共重合体、両末端シラノール基封鎖ジメチルシロキサン・メチル(3,3,3-トリフルオロプロピル)シロキサン共重合体、両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチル(3-グリシジルオキシプロピル)シロキサン共重合体、両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチル(3-アミノプロピル)シロキサン共重合体、オクタメチルシクロテトラシロキサン等が挙げられる。かかるポリジオルガノシロキサンの25℃における粘度は0.65cStから100万cSt、さらには100万cStより高粘度の生ゴム状ないしゴム状であってもよい。ポリジオルガノシロキサンは液状シリコーンゴム組成物やシリコーンオイルコンパウンド中の主成分であってもよい。

【0009】基本的構成成分である(B)乳化剤は、ポリオルガノシロキサンの乳化用に使用されているものでよく、アニオン系、カチオン系、両性系、ノニオン系のいずれでもよく、それらの併用であってもよい。このような乳化剤として、ポリオキシアルキレンエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルフェノールエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエステル、ポリオキシアルキレンソルビタンアルキルエステル、ポリプロピレングリコール、ジェチレングリコール等の非イオン系界面活性剤、ラウリン酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、リノレン酸ナトリウム等の脂肪酸塩、ヘキシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸等のアルキルベンゼンスルホン酸およびその塩、オクチルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ドデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、長鎖アルキルスルホネート、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸ナトリウム等のアニオン系界面活性剤、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド、ベンジルアンモニウム塩等のカチオン系界面活性剤が挙げられる。これらの界面活性剤は2種以上を併用してもよい。

【0010】基本的構成成分である(C)水は、イオン交換水、純水、水道水のいずれでもよい。以上の基本的構成成分の他に、防腐剤、増粘剤、着色剤などシリコーンエマルジョンに通常配合する成分を供給してもよい。本発明の製造方法により製造されたポリオルガノシロキサンエマルジョンは、シリコーンゴムパウダー用原料、化粧品用添加剤、繊維処理剤、消泡剤、離型剤、潤滑剤、撥水剤、艶出し剤などとして有用である。

#### 【0011】

【実施例】以下、本発明を実施例により詳細に説明する。実施例では図1の連続式乳化装置を使用した。実施

例中、部とあるのは重量部を意味し、粘度は25度での値であり、特性は次に示す方法に従って測定した。

#### (1)ゲル率

250メッシュの金網をはった濾過機にシリコーンゴムパウダーの懸濁液を通し、金網を通過しなかった残留物の重量と、シリコーンゴムパウダーと残留物の合計重量との比を百分率で示した。

#### (2)粒度分布

コールターカウンター（光散乱法）で測定した。

#### 【0012】

【実施例1】予め0℃に冷却した粘度500センチポイズの分子鎖両末端がジメチルビニルシロキシ基で封鎖されたポリジメチルシロキサン100部に、粘度10センチポイズの分子鎖両末端がトリメチルシロキシ基で封鎖されたメチルヒドロジェンポリシロキサン0.5部、塩化白金酸とテトラメチルジビニルジシロキサンの錯体0.2部（白金含有量4.5重量%）を混合して液状シリコーンゴム組成物をつくり、これを連続的に原料供給管の内管5（内径11mm）の原料供給口6へ供給し、同時に25℃の水100部と乳化剤であるポリオキシエチレンラウリルエーテル2.0部の混合物を連続的に原料供給管の外管3（内径15mm）の原料供給口4へ供給した。一方、クリアランスが2mmであり、断面形状がドーナツ型の空気吸入口9（クリアランス／原料供給管の内径比＝1／7.5）から空気を吸入せしめて上記液状シリコーンゴム組成物および水と乳化剤の混合物とともに

に、原料受入口10を通して高速回転ロータ12が高速回転している乳化機11内へ液送した。この乳化機11のハウジング内にはモータ15に連動した高速回転ロータ12がセットされており、高速回転ロータ12の後側面とハウジングのステイター13の間隙は5μmである。乳化機11の高速回転ロータ12を16,000rpmで回転させることにより液状シリコーンゴム組成物を連続的に水中に乳化した後に、生成したエマルジョンを下方に位置する排出口14から排出し、80℃の温水400部に接触させて連続的に硬化させて、球形粒子状のシリコーンゴムパウダーの懸濁液を得た。この懸濁液中には20重量%のシリコーンゴムパウダーが含まれていた。空気吸入口9の無い他は図1の連続式乳化装置と全て同一である比較例の連続式乳化装置を使用して同一原料から同一条件でシリコーンゴムパウダーをつくった。これらシリコーンゴムパウダーの粒度分布および粒度分布の指標であるゲル率（大粒径粒子の集合体）を調べたところ、表1の結果が得られた。この結果から、本発明の連続式乳化装置1によれば、比較例の連続式乳化装置に比べて、ゲル化しにくく、粒度分布の均一なシリコーンゴムパウダーができることがわかった。ということは、本発明の連続式乳化装置によれば液状シリコーンゴム組成物の粒度分布の均一なエマルジョンができていたことがわかる。

【表1】

装置 \ 項目	ゲル率 (%)	粒度分布
本発明の装置	0	1～20μm
比較例の装置	0.2	1～70μm

#### 【0013】

【実施例2】粘度500センチポイズの分子鎖両末端がトリメチルシロキシ基で封鎖されたポリジメチルシロキサン100部を連続的に原料供給管の内管5の原料供給口6へ供給し、同時に25℃の水400部と乳化剤であるポリオキシエチレンラウリルエーテル5.0部の混合物を連続的に原料供給管の外管3の原料供給口4へ供給した。一方、クリアランスが1.0mmであり、断面形状がドーナツ型の空気吸入口9（クリアランス／原料供給管の内径比＝1／15）から空気を吸入せしめてポリジメチルシロキサンおよび水と乳化剤の混合物とともに、実施例1で使用した乳化機11へ液送した。乳化機11の高速回転ロータ12を16,000rpmで回転させることにより該ポリジメチルシロキサンを連続的に水中に乳化した後に、生成したエマルジョンを下方に位置する排出口14から排出した。空気吸入口9の無い他は図1の連続式乳化装置と全て同一である比較例の連続式

乳化装置を使用して同一原料から同一条件でポリジメチルシロキサンのエマルジョンをつくった。これらエマルジョンの粒度分布を調べたところ、表2の結果が得られた。この結果から、本発明の連続式乳化装置1によれば、比較例の連続式乳化装置に比べて、粒度分布の均一なポリジメチルシロキサンエマルジョンができることがわかった。

【表2】

装置 \ 項目	粒度分布
本発明の装置	0.5～10μm
比較例の装置	0.5～50μm

#### 【0014】

【発明の効果】本発明の連続式乳化装置は、原料供給管

と高速回転ローターを具備した乳化機から構成され、その原料供給管と乳化装置の原料受入口の間または原料供給管の途中にクリアランス5mm～0.1mmであり、クリアランス／原料供給管の内径比が1／250～1／2である空気吸入口を設けているので、ポリオルガノシロキサンと乳化剤と水をこの空気吸入口から吸入した空気とともに乳化機に送り込み、高速回転ローターを高速回転することにより乳化することにより、生成したポリオルガノシロキサンエマルジョンは粒度分布が均一であるという特徴がある。

【図面の簡単な説明】

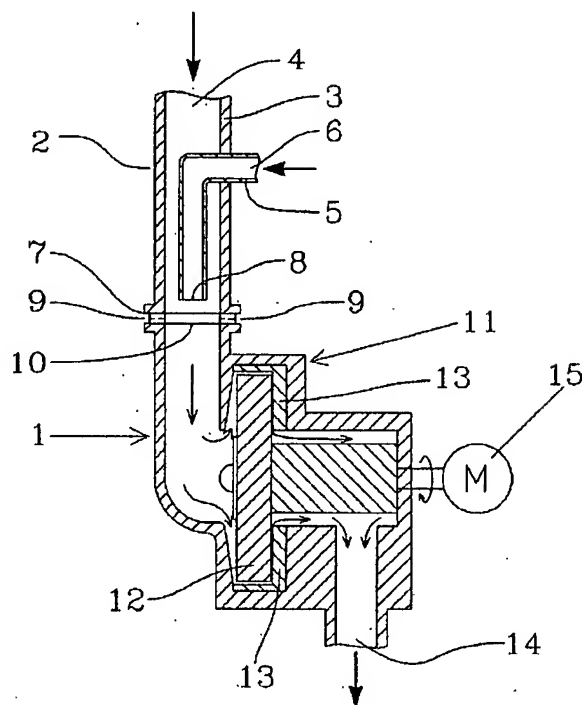
【図1】 本発明の連続式乳化装置の代表例の断面図を示したものである。

【符号の説明】

1 連続式乳化装置

- 2 原料供給管
- 3 原料供給管の外管
- 4 外管の原料供給口
- 5 原料供給管の内管
- 6 内管の原料供給口
- 7 外管の最先端
- 8 内管の最先端
- 9 空気吸入口
- 10 原料受入口
- 11 乳化機
- 12 高速回転ローター
- 13 スティーター
- 14 排出口
- 15 モーター

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 浜田 光男

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
コーニング・シリコン株式会社エンジニ  
アリング部内

Derwent WPI

(c) 2007 The Thomson Corporation. All rights reserved.

FN- DIALOG(R) File 351:Derwent WPI|

CZ- (c) 2007 The Thomson Corporation. All rights reserved.|

AA- 1981-74821D/198141|

TI- Greasy silicone aq. dispersion continuous prodn. - by supplying  
diorganopolysiloxane, emulsifier and water to cylindrical container  
equipped with shear stirring mechanism|

PA- SHINETSU CHEM IND CO LTD (SHIE)|

IV- OBA T; OKADA F; TAKAMIZAWA M; YAMADA K|

NC- 1|

NP- 2|

PN- JP 56109227 A 19810829 JP 198010559 A 19800131 198141 B|

PN- JP 1984051565 B 19841214 JP 198010559 A 19800131 198503 E|

AN- <LOCAL> JP 198010559 A 19800131; JP 198010559 A 19800131|

AN- <PR> JP 198010559 A 19800131|

FD- JP 56109227 A JA 5 |

LA- JP 56109227 A JA 5 |

AB- <BASIC> JP A

Continuous prodn. of a greasy silicone aq. dispersion comprises  
continuously supplying 100 pts.wt. of a diorgano-polysiloxane, 0.1-100  
pts.wt. of an emulsifier and 5-20 pts.wt. of water to a cylindrical  
container equipped with a shear stirring mechanism, stirring the mixt.,  
in the container by shearing force at a shear rate of at least 50  
l/sec. while maintaining the pressure in the container at at least 0.5  
Kg/cm<sup>2</sup>G, and continuously discharging a greasy silicone aq. dispersion  
having a viscosity of 100,000 cps (at 25 deg. C) from an outlet.  
Pref. the shear stirring mechanism is composed of a rotating axis  
coaxially placed in the cylindrical container and at least 3 discs  
fixed coaxially at a given interval. The dispersion obtd. is opt.  
diluted with water to give a stable silicone emulsion.

A stable dispersion of highly hydrophobic diorganopolysiloxane which is  
free from oil spots or oil sepn. is continuously obtd. Preliminary  
emulsification or preliminary mixing of starting materials is not  
necessary.|

TT- GREASE; SILICONE; AQUEOUS; DISPERSE; CONTINUOUS; PRODUCE; SUPPLY; DI;  
ORGANO; POLYSILOXANE; EMULSION; WATER; CYLINDER; CONTAINER; EQUIP;  
SHEAR; STIR; MECHANISM; HYDROPHOBIC|

DC- A26|

IC- <ADDITIONAL> C08J-003/06 C08L-083/04|

MC- <CPI> A06-A00B; A07-B04; A08-S05; A11-A03|

FS- CPI||

## ⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—109227

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 08 J 3/06  
C 08 L 83/04

識別記号

庁内整理番号  
7180—4F  
7019—4J

④ 公開 昭和56年(1981)8月29日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑤ シリコン水性液の連続製造方法

① 特 願 昭55—10559

② 出 願 昭55(1980)1月31日

⑦ 発 明 者 高見沢稔  
安中市磯部3—17—3

⑦ 発 明 者 岡田文夫  
高崎市鼻高町659—1

⑦ 発 明 者 大庭敏夫

安中市郷原165—1

⑦ 発 明 者 山田健次朗

安中市郷原231—2

① 出 願 人 信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6  
番1号

④ 代 理 人 弁理士 山本亮一

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

シリコン水性液の連続製造方法

## 2. 特許請求の範囲

## 1. ジオルガノポリシロキサン100重量部、乳

化剤0.1～100重量部および水5～20重量

部を、せん断かくはん機構を備えた円筒状容器

内に連続的に供給し、該容器内を0.5 $\frac{1}{\text{秒}}$ 以上

の加圧状態に維持しながら、せん断速度

50 $\frac{1}{\text{秒}}$ 以上となるせん断かくはんを行い、

該容器の製品取出口から10万センチボイズ

(25℃)以上の粘度を有するグリース状シリ

コン水性液を連続的に取出すことを特徴とす

るグリース状シリコン水性液の連続製造方法。

## 2. 前記せん断かくはん機構が、前記円筒状容器

と同軸的に設置された回転軸に少なくとも3枚

の円板を同軸的にかつ一定の間隔で配設したも

のである。特許請求の範囲第1項記載の連続製  
造方法。

## 3. 特許請求の範囲第1項記載の方法で製造した

グリース状シリコン水性液に水を加えること

を特徴とするシリコンエマルジョンの製造方

法。

## 3. 発明の詳細な説明

この発明は安定なグリース状シリコン水性液  
の連続製造方法に関するものである。

従来、油脂、パラフィン、合成油などの疎水性  
液状物を水に分散させてO/W型エマルジョンを  
得る方法としては、これら疎水性液状物を界面活  
性剤、保護コロイドなどと共に、プロペラ式かく  
はん機、コロイドミル、ホモジナイザー、超音波  
乳化機等の装置を用いて水中に分散させる方法が  
広く採用されている。

しかしながら、オルガノポリシリコン油は疎  
水性がきわめて大きいいため安定な水性エマルジ



ンとすることがなかなか困難である。このためシリコン油についてはこのものは乳化剤および比較的少量の水と共にロール練りにより強いせん断力を与えて比較的粘度の高いペースト状物とし、ついでこれを水で希釈して安定な水性エマルジョンとする方法（特公昭46-10162号公報参照）が提案された。しかし、この方法による場合、ややもすると水で希釈したエマルジョンにオイルスポット、オイル分離の現象がみられるという問題点があつた。これはおそらく上記ロール練りが大気中でのオープン系であるためそのせん断混練り中に混練物の水分の蒸発が起ることによるものと思われる。

本発明はこのような問題点を解決すべく鋭意研究の結果完成されたもので、これはシオルガノポリシロキサン100重量部、乳化剤0.1~100重量部および水5~20重量部をせん断かくはん機構を備えた円筒状容器内に連続的に供給し、該

運転されるという利点を与えられる。

以下本発明の方法を詳細に説明する。

本発明は、回転軸に少なくとも3枚の円板を同軸的にかつ一定の間隔で配設した構成からなるせん断かくはん機構を内部に備えた円筒状容器を用いて目的の乳化操作を連続的に行うことを特徴とするが、別紙添付図面の第1図はこのせん断かくはん機構を備えた円筒状容器の概略縦断面図、第2図(a)、(b)は第1図A-A線における概略横断面図をそれぞれ示したものである。

それら図において1は円筒状容器、2は回転軸、3、3'は回転軸に取付けられた円板である。この円板は回転軸に少なくとも3枚以上設けられていることが望ましい。第2図(a)は穴のないもの、また第2図(b)は液体が通過し得る穴4が複数個設けられた形状のものをそれぞれ示したが、せん断かくはんの効果の点からは穴4が設けられている方が望ましい。また、この穴が設けられて

容器内を0.5 $\text{kg/cm}^2$ 以上の加圧状態に維持しながら、せん断速度50 $\frac{1}{\text{秒}}$ 以上となるせん断かくはんを行い、該容器の製品取出口から10万センチボイズ(25℃)以上の粘度を有するグリース状シリコン水性液を連続的に取出すことを特徴とするグリース状シリコン水性液の連続製造方法に関し、特には上記せん断かくはん機構が、前記円筒状容器と同軸的に設置された回転軸に少なくとも3枚の円板を同軸的にかつ一定の間隔で配設したものであることを特徴とする。

この本発明方法によれば、顕著に疎水性であるシオルガノポリシロキサンの安定なグリース状水性分散体を連続的に得ることができ、特に高粘度のオルガノポリシロキサン油に対しても、オイルスポット、オイル分離の全くない水性シリコンエマルジョンを容易に得ることができる。また、本発明の方法によれば原料成分の予備乳化、予備混合を特に必要とせず、工程が完全に連続化して

いる円板と穴の全くない円板との組合せであつてもよい。回転軸に設置する円板<sup>3, 3'</sup>の数は少なくとも3枚必要とされ、一般には5枚以上であることが望ましい。この円板<sup>3, 3'</sup>の周縁と円筒状容器1の内面との距離(クリアランス)はこれが大きすぎるとごとの間でのせん断作用が不十分になり、目的の乳化が行われなくなるので、2cm以下であることがよく、一般には0.2~1.6cmの範囲とすることが望ましい。なお、円筒状容器の外周には温度調節のためのジャケットが設けられていてもよい。

本発明の方法は上記した装置の原料仕込み口5から、乳化させようとするシオルガノポリシロキサンを乳化剤および水と共に連続的に仕込むのであるが、10万センチボイズ(25℃)以上の粘度を有するグリース状シリコン水性液を得るという本発明の目的を達成するためには、シオルガノポリシロキサン100重量部に対して、乳化剤を0.1~100重量部(好ましくは1~50重量

部)とし、かつ水を5〜20重量部(好ましくは7〜16重量部)とする必要がある。特にこの水の量が5重量部以下であると、O/W型のグリース状乳化物を得ることが困難となるし、一方20重量部以上であると仕込み成分の混合系の粘度が小さくなり、前記装置でのグリース状物を得るための均一化混合が不可能となり、この結果安定なグリース状水性液が得られなくなる。

原料シオルガノポリシロキサンとしては使用する乳化剤の種類にもよるが、通常40センチストークス(25℃)以上好ましくは100〜70000センチストークス(25℃)のオイル状物であればいずれの種類のものでよく、また乳化剤は従来シリコンの乳化に使用されているものが適宜に選択使用され、これには長鎖のアルキルサルフェート、アルキルスルホネート、ポリオキシエチレンアルキルフエニルエーテル硫酸ナトリウムなどのアニオン型界面活性剤、ベンジルアンモニウ

塩などのカチオン型界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルフエニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ソルビタンモノエステルなどの非イオン型界面活性剤がそれぞれ例示される。

シオルガノポリシロキサン、乳化剤および水をそれぞれ所定割合で仕込むにあたり、必要に応じシリカ微粉末と一緒に仕込み、シリカ微粉末入りのグリース状物を得ることもできる。このシリカ微粉末としては湿式(沈でん)シリカ、乾式(ヒューム)シリカ、あるいはこれらシリカ微粉末をシラザン、オルガノハロシラン等で表面処理したものが使用される。

なお、各成分の仕込みはあらかじめ予備混合する必要はなく、それぞれの成分を所定の割合で円筒状容器の一端に供給する方法によればよく、供給されたそれぞれの成分はそれぞれの円板間を通過しながらせん断混合されグリース状物となる。

かくはん機構の回転速度は、せん断速度50 $\frac{1}{\text{秒}}$ 以上(好ましくは500〜1500 $\frac{1}{\text{秒}}$ )となる回転速さであることが必要とされるが、本発明におけるこのせん断速度とは下記の定義にしたがうものとする。

$$\text{せん断速度} \left( \frac{1}{\text{秒}} \right) = \frac{\text{円板の周速} (\text{cm}/\text{秒})}{\text{クリアランス} (\text{cm})}$$

上記操作により連続的に仕込まれる成分は均一に混合され、最終的にグリース状の水性液となつて出口6から取出されるが、この際原料成分の仕込みをポンプで仕込み口5から圧入し、調節可能なスリット7からの流出量を調節することにより容器内1内が0.5 $\frac{\text{kg}}{\text{cm}^2}$ 以上の加圧状態となるようにすることにより、目的の均一乳化が良好に達成されるようになる。もちろん、容器内の圧力は原料供給量とスリットからの流出量の関係で定まるものであり、それらを調節することにより容

器内圧力を所定の値に保持することができる。この好ましい圧力範囲は1〜4 $\frac{\text{kg}}{\text{cm}^2}$ である。

また、シオルガノポリシロキサンと水との均一混合を達成するために、円筒状容器1内に砂粒、ガラスビーズ、アルミナ粒子、タングステン粒子等の直径が0.5〜5mmの範囲にある粒子を充てんしてかくはん機を運転してもよく、これによればより強力なせん断かくはんが行われる。なお、この際該充てん粒子はスリット7を通過して流出しないようにそのスリット間隙を調節することが望ましい。

本発明の方法により得られるグリース状水性液そのは水で希釈することなしに化粧基剤、つや出し剤、医療用軟膏、化粧品用基剤として使用することができるが、これはまた水で希釈することにより容易に安定なシリコンエマルジョンとすることができ、このエマルジョン粒子は0.5 $\mu\text{m}$ 以下であり、70℃で3カ月以上保存しても分離

を起すことのない安定なものである。

つぎに、本発明の実施例および比較例をあげる。

#### 実施例 1

25℃における粘度が5000センチ<sup>ト</sup>ストークスである末端トリメチルシリル基封鎖のジメチルポリシロキサン100重量部、ポリ(オキシエテン)<sub>10</sub>ノニルフエニルエーテル10重量部、水10重量部の割合になるように個々に定量ポンプを用いて図面に示した装置で円板を7枚有し、冷却ジャケットを有する2本の円筒状容器内にその底部サイドから定量的に供給した。

せん断かくはんは、円板の回転数2000rpm、せん断速度1200<sup>1</sup>/秒、系内の圧力1.5MPa、内温40℃の条件で行った。容器の出口より透明なグリース状物質が得られ、その粘度はBH型回転粘度計で10,000ポイズ(25℃)以上であつた。JIS K 2560に準じて測定した稠度は66であつた。このものはテスターを

マルジョンとし、3日間放置したところ2層に分離した。

#### 比較例 2

実施例1において、円筒状容器のスリット巾を広げ加圧状態に全くならないようにしたほかは同様の条件でかくはん混合したところ、粘度10万センチストークス(25℃)の混合物が得られた。これを実施例1と同じ割合で水で希釈し、3日間放置したところ2層に分離することはなかつたが、表面にシリコン成分の一部が遊離した。

#### 比較例 3

各成分の使用割合は実施例1と同じにしたが、せん断混合手段として3本ロールを用いて混練を行つたところ、10万センチストークス(25℃)の混合物が得られた。このものは実施例1と同じ割合で水で希釈し、3日間放置したところ2層に分離することはなかつたが、表面にシリコン成分の一部が遊離した。

用いて抵抗を測定したところ、導電性を示し連続相が水であるO/W型エマルジョンであつた。また密閉状態で70℃で1年間放置しても何ら変化せず非常に安定なものであつた。

上記透明なグリース状物質120重量部に對し、水180重量部を投入し、振とう機で60分振とうしたところ、完全にエマルジョン化し、シリコン分33%の白色乳濁状のシリコンエマルジョンが得られた。このものはシリコンオイルが浮遊することなく、また70℃で3ヵ月放置しても分離することのない安定なエマルジョンであつた。

#### 比較例 1

実施例1において、円板の回転をせん断速度が40<sup>1</sup>/秒となる速さとしたほかは同様の条件でかくはん混合したところ、粘度10,000センチストークス(25℃)の混合物が得られた。これを水で希釈(希釈割合は実施例1と同様)してエ

#### 比較例 4

比較例3において、3本ロールの代りにガウリンホモジナイザーを使用して混合を行つたところ、20万センチストークス(25℃)の混合物が得られた。このものは実施例1と同じ割合で水で希釈し、3日間放置したところ2層に分離することはなかつたが、表面にシリコン成分の一部が遊離した。

#### 比較例 5

比較例3において、3本ロールの代りにコロイドミルを使用して混合を行つたところ、得られた混合物は1万センチストークス(25℃)以下の粘度のものであり、24時間の放置で2層に分離した。

#### 比較例 6

比較例3において、3本ロールの代りにプロペラ式かくはん機を使用して混合を行つたところ、得られた混合物は粘度1万センチストークス(

25℃)のもので、表面にシリコン成分が遊離しており、3日間の放置で2層に分離した。

### 実施例 3

実施例1で使用したと同様の混合装置に、分子鎖両末端水酸基封鎖ジメチルポリシロキサン(5万センチストークス、25℃)100重量部、ポリ(オキシエチレン)<sub>20</sub>ラウリルエーテル5重量部、ポリ(オキシエチレン)<sub>8</sub>ラウリルエーテル3重量部、および水7重量部の割合となるようにそれらを定量的に供給した。

ただし、乳化剤は両者をあらかじめ混合し、60℃に加熱して液状とした状態で供給した。またせん断速度および容器内圧力は実施例1と同じにした。

この結果、出口より透明なグリース状物質が得られ、このものは粘度10,000ポイズ(25℃)以上、稠度35であつた。

このグリース状物質120重量部に対し、水

た。

このグリース状物質130重量部に対し、水170重量部を投入し振とう機で30分振とうしたところ、完全にエマルジョン化し、このものは70℃で3ヵ月保持しても全く安定で分離を起さなかつた。

### 4. 図面の簡単な説明

第1図はせん断かくはん機構を備えた円筒状容器の概略縦断面図、第2図(a)、(b)は第1図A-A線における概略横断面図をそれぞれ示したものである。

- 1・・・円筒状容器、2・・・回転軸、
- 3, 3'・・・円板、4・・・穴、
- 5・・・供給口、6・・・製品取出口、
- 7・・・スリット。

特開昭56-109227(5)

180重量部を投入し振とう機で60分振とうしたところ、完全にエマルジョン化し、このものは70℃で3ヵ月保持しても全く安定で分離を起さず、これをさらに水で100倍に希釈したものは1週間放置後も、オイルスポット、オイル分離、クリーミングは認められなかつた。

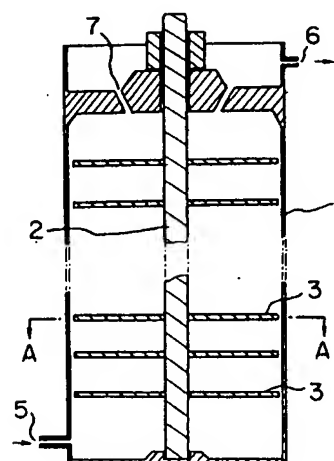
### 実施例 4

実施例1で使用したと同様の混合装置に、ジメチルシロキサン単位75モル%、ジフェニルシロキサン単位25モル%からなる分子鎖両末端トリメチルシリル基封鎖のメチルフェニルポリシロキサン100重量部、ポリ(オキシエチレン)<sub>10</sub>ドデシルエーテル15重量部、および水15重量部の割合となるようにそれを定量的に供給した。

ただし、せん断速度および容器内圧力は実施例1と同じにした。

この結果、出口より白濁色グリース状物質が得られ、この粘度は500ポイズ(25℃)であつ

第1図



第2図

